

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-181099

(43)Date of publication of application : 03.07.2001

(51)Int.Cl.

C30B 33/00  
C04B 41/80  
C30B 29/28

(21)Application number : 11-363155

(71)Applicant : JAPAN SCIENCE & TECHNOLOGY  
CORP

(22)Date of filing : 21.12.1999

(72)Inventor : SAKA KIMITAKA  
BUN GENSHIN

## (54) SURFACE TOUGHENING METHOD OF BRITTLE MATERIAL

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for improving surface toughening properties of a brittle crystalline material by accumulating lattice defects such as sub-boundaries (dislocations) together with deformation in the crystal of the brittle crystalline material.

**SOLUTION:** This surface toughening method for a brittle material is to strike an indenter, or the like, into the surface of the brittle crystalline material at room temperature, e.g. to strike minute impressions each having a groove width of 0.001-1  $\mu\text{m}$  into the surface of the brittle crystalline material at room temperature by means of a Vickers hardness tester with an apical wide angle of 136° in a number density of 500-10,000/mm<sup>2</sup> under a load of 100-500 g, and then to perform simple annealing (healing or annealing) in an atmosphere at a temperature not lower than 0.5 TM, and not higher than TM (wherein TM is the absolute temperature of the melting point) in such a way that the impressions substantially disappear and dislocation sub-boundaries are introduced at the same time.

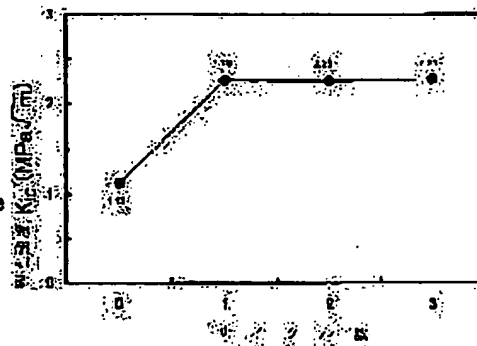


図1 凹み密度と靱性の関係 (例示)  
平均靱性 KIC (MPa·cm<sup>1/2</sup>)

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **2001181099 A**

(43) Date of publication of application: **03.07.01**

**(54) SURFACE TOUGHENING METHOD OF BRITTLE MATERIAL**

are introduced at the same time.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

**(57) Abstract:**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method for improving surface toughening properties of a brittle crystalline material by accumulating lattice defects such as sub- boundaries (dislocations) together with deformation in the crystal of the brittle crystalline material.

**SOLUTION:** This surface toughening method for a brittle material is to strike an indenter, or the like, into the surface of the brittle crystalline material at room temperature, e.g. to strike minute impressions each having a groove width of 0.001-1  $\mu\text{m}$  into the surface of the brittle crystalline material at room temperature by means of a Vickers hardness tester with an apical wide angle of 136° in a number density of 500-10,000/mm<sup>2</sup> under a load of 100-500 g, and then to perform simple annealing (healing or annealing) in an atmosphere at a temperature not lower than 0.5 TM, and not higher than TM (wherein TM is the absolute temperature of the melting point) in such a way that the impressions substantially disappear and dislocation sub-boundaries

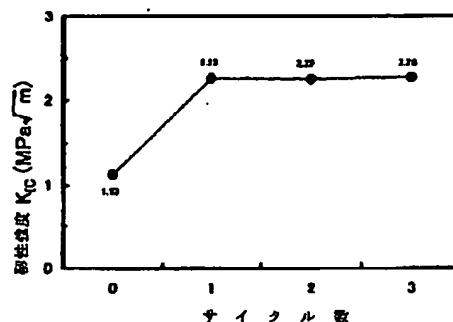


図-靱性的処理のサイクルの変化に伴う  
平均靱性強度 ( $K_{1c}$ ) の変化

(51) Int. Cl

**C30B 33/00**

**C04B 41/80**

**C30B 29/28**

(21) Application number: **11363155**

(22) Date of filing: **21.12.99**

(71) Applicant: **JAPAN  
SCIENCE & TECHNOLOGY CORP**

(72) Inventor: **SAKA KIMITAKA  
BUN GENSHIN**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-181099

(P2001-181099A)

(43) 公開日 平成13年7月3日 (2001.7.3)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テーム (参考)

C 3 0 B 33/00

C 3 0 B 33/00

4 G 0 7 7

C 0 4 B 41/80

C 0 4 B 41/80

Z

C 3 0 B 29/28

C 3 0 B 29/28

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平11-363155

(22) 出願日

平成11年12月21日 (1999. 12. 21)

(71) 出願人 396020800

科学技術振興事業団

埼玉県川口市本町4丁目1番8号

(72) 発明者 坂 公祐

愛知県春日井市高座台1-5-53

(72) 発明者 文 元振

愛知県名古屋市名東区梅坂4-101市営梅

森荘1-606

(74) 代理人 100110168

弁理士 宮本 晴視

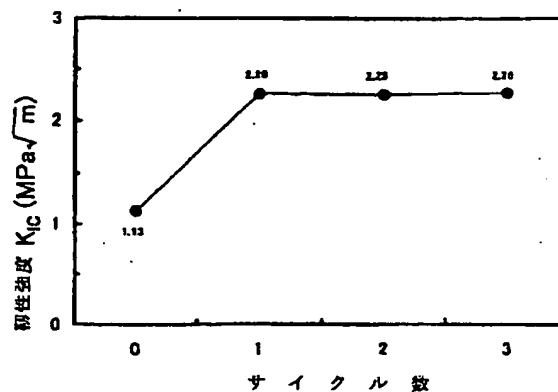
Fターム (参考) 4G077 AA02 BC24 FE11 FJ02

(54) 【発明の名称】 脆性材の表面強靱化方法

(57) 【要約】

【目的】 脆性結晶材料に変形と共に結晶内に亜粒界 (転位) などの格子欠陥を蓄積させ前記材料の表面の強靱特性を改善する方法の提供

【構成】 脆性結晶材料表面に室温において圧子等、例えば先端広角136°のビッカース硬度計を用い、荷重100~500gで溝幅0.001~1μmの微細圧痕を500~10,000個/mm<sup>2</sup>の密度で打ち込んだ後、0.5T<sub>m</sub> (但し、T<sub>m</sub>は融点の絶対温度) 以上T<sub>m</sub>未満の雰囲気中で前記圧痕が実質的に消失すると同時に転位亜粒界を導入するように単純焼鈍 (ヒーリングまたはアニーリング) する脆性材の表面強靱化方法。



熱-機械的処理のサイクルの変化に伴う  
平均靱性強度 (K<sub>1c</sub>) の変化

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 脆性結晶材料表面に室温において圧子等を用いて溝幅0.001~1 $\mu$ mの微細圧痕を500~10,000個/mm<sup>2</sup>の密度で打ち込んだ後、0.5T<sub>m</sub>（但し、T<sub>m</sub>は融点の絶対温度）以上T<sub>m</sub>未満の雰囲気中で前記圧痕が実質的に消失すると同時に転位亜粒界を導入するように単純焼鈍する脆性結晶材料の表面強硬化方法。

【請求項2】 脆性結晶材料表面に室温において溝幅0.001~1 $\mu$ mの微細圧痕を500~10,000個/mm<sup>2</sup>の密度で打ち込む圧子が荷重100~500gを加えたピッカース硬度計であることを特徴とする請求項1に記載の脆性結晶材料の表面強硬化方法。

【請求項3】 脆性結晶材料がイットリウム・アルミニウム・ガーネット単結晶であることを特徴とする請求項1または2に記載の脆性結晶材料の表面強硬化方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、脆性結晶材料の新規な表面強硬化方法に関する。

【0002】

【従来技術】結晶材料に変形と共に結晶内に転位などの格子欠陥を蓄積させる加工硬化は、結晶材料の最も一般的な強硬化法である。しかしながら、前記強硬化法は、塑性変形によって転位などの格子欠陥を大量に結晶材料中に導入することが可能な金属材料のような延性材料では広く利用できるけれども、脆性材料では塑性変形が不可であるから、加工硬化による強硬化は原理的に不可能と考えられてきた。

\*

$$\sigma_f = (1/Y) (2E\gamma_f/c)^{1/2} = K_{Ic}/Y\sqrt{c} \quad (\text{式C})$$

〔Yは亀裂および試料の形状によって決まる定数、K<sub>Ic</sub>は破壊靱性と呼ばれる定数で、亀裂が急激に進展を開始する時の応力拡大係数の臨界値である。γ<sub>f</sub>は実効的表面エネルギー（破壊エネルギーとも呼ばれる）で、亀裂先端近傍における塑性変形がもたせ起こる亀裂の鈍化（blunting）、応力の低下亀裂の分岐などによる余分のエネルギーが、表面エネルギーに加算されたものとなる。〕K<sub>Ic</sub>は一種の材料定数として利用でき、K<sub>Ic</sub>を知ることによって亀裂の長さを推定できるし、また逆に亀裂の長さを測定することによってK<sub>Ic</sub>を求めることができる。また、上記式（C）からK<sub>Ic</sub>を大きくすると共に亀裂長をできるだけ小さくすることが強度の向上になることが理解される。そして、この検討に基づいた強硬化法として、

1. 転位（dislocation）、2. 相転移（phase transition）、3. マイクロクラック（micro-crack）、4. 亀裂偏向（crack deflection）、5. 湾曲（bowing）6. 引き抜き（pull out）、7. 架橋（bridging）、8. 圧縮残留応力による遮蔽効果（shielding effect）等について検討されている。

\*【0003】ところで、脆性材料の機械的物性に関して種々の検討がなされている。特に、脆性破壊に関しては、結晶が理想的な状態であれば、脆性破壊は原子間結合を破壊することによって起こる。従って、強度は破壊力に等しいはずである。この理想強度（正確には理想劈開強度）は、Orowanが次のような式を提案し、教示している。

$$\sigma_a = (E\gamma_0/a)^{1/2} = E/10 \quad (\text{式A})$$

（Eはヤング率、aは劈開面の原子間距離、γ<sub>0</sub>は劈開面の表面エネルギーである。）従って、式（A）によれば、ヤング率が大きく、表面エネルギーが大きく、原子対密度の高い結晶が潜在的に大きな強度を示す可能性があることを示している。実際の材料の破壊強度は、前記式から予想される強度よりはるかに低い。この原因は、多くの場合、製品製造中に結晶中に存在する亀裂や、応力を印可することによって導入される亀裂による。

【0004】このような亀裂の存在する材料の脆性破壊を最初に定式化したのはGriffithであり、破壊によって解放されるエネルギーと新たに生成する破面の表面エネルギーが常に等しくなる条件を用いて次式を提案している。

$$\sigma_f = (2E\gamma_0/\pi c)^{1/2} \quad (\text{式B})$$

（cは最初に存在する亀裂の長さを示す）前記式

（A）、（B）において、aは0.1nmオーダーであり、cはμmオーダーであることから、σ<sub>f</sub>≒10<sup>-2</sup>σ<sub>a</sub>≒10<sup>-3</sup>Eで表され、実測に近い値となる。従って、この場合の破壊応力は、式Cで表される。

【0005】一方、「高温におけるシリコン結晶中のクラック先端からの転位生成の直接観察」の研究の中で、表面に発生した微小亀裂、具体的には、研磨されたウェハー表面に、室温でピッカース微小硬度計の圧子を用いて押し込みによって導入された（荷重は0.25または0.50Nで、荷重の負荷および除去の速度は16.67Ns<sup>-1</sup>で行った。）微小亀裂（シャープなクラック）が、圧痕部まわりの弾塑性変形領域の薄膜除去（化学的な工程とアルゴンイオンミリングの2工程による。）によって、短い距離だけ開じてヒーリングを起すことが知られている〔Y.-H. Chai and D. R. Clarke, Acta metall., 37(1989), 203〕：以下文献1という〕。前記観察は、温度と応力の複合条件下において、シリコン結晶中のクラック先端からの転位（dislocations）の発生を透過電子顕微鏡を用いて、温度550~750℃の条件で行っている。しかしながら、該現象と製品の強硬化との関係に言及する記載はない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、脆性材料に変形と共に結晶内に亜粒界（転位）などの格子欠

陥を蓄積させ、製品の表面の強靱特性を改善する方法を提供することである。本発明者等は、前記改善方法を鋭意検討する中で、前記文献1に記載の結晶内への転位の導入現象から、従来の高温における塑性変形を行わなくとも、脆性結晶材料製品中に変形と共に転位などの格子欠陥を導入でき、それによって強靱性を高めることができるのではないかと考え、種々の試みの中で、室温での微小亀裂導入後、高温での単純焼鈍によって亜粒界（転位）を形成することが可能であり、これによって、強靱性を高めることができることを発見した。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明は、脆性結晶材料表面に室温において圧子等を用いて溝幅0.001~1μmの微細圧痕を500~10,000個/mm<sup>2</sup>の密度で打ち込んだ後、0.5T<sub>m</sub>（但し、T<sub>m</sub>は融点の絶対温度）以上T<sub>m</sub>未満の雰囲気中で前記圧痕が実質的に消失すると同時に転位亜粒界を導入するように単純焼鈍する脆性結晶材料の表面強靱化方法である。好ましくは、脆性結晶材料表面に室温において溝幅0.001~1μmの微細圧痕を500~10,000個/mm<sup>2</sup>の密度で打ち込む圧子が荷重100~500gを加えたピッカース硬度計であることを特徴とする前記脆性結晶材料の表面強靱化方法。更に好ましくは、脆性結晶材料がイットリウム・アルミニウム・ガーネット単結晶であることを特徴とする前記脆性結晶材料の表面強靱化方法である。本発明者は、室温での微小亀裂導入と、前記微小亀裂導入後の高温での単純焼鈍（アニーリングまたはヒーリング）とを組み合わせることによって前記課題を解決したのである。

【0008】

【本発明の実施の態様】本発明をより詳細に説明する。A. 脆性材料表面に形成される微小亀裂とは、ピッカース硬度計などの圧子等により形成される溝幅0.001~1μm、深さ0.1~50μmの微細圧痕をいう。ここで圧子等とは、ピッカース硬度計やショットピーニングのような前記溝幅および深さで例示される、本発明の単純焼鈍によって脆性結晶材料の表面強靱化の作用効果を発揮する微細亀裂を形成（機械的処理）できる手段を総称するものである。溝の幅下限を0.001μmとしたのはヒーリングによって導入される転位密度が本発明の目的を達成するには小さいからであり、上限を1μmとしたのはヒーリングに長時間を要するからである。また、深さの限定も表面部分の剥離防止による。打ち込まれる、微小亀裂の密度は500~10,000個/mm<sup>2</sup>とするのが、実験結果から好ましい。微小亀裂の打ち込み手段としては、前記微小亀裂を形成できる手段であればどのようなものでも良いが、ピッカース硬度計、ショットピーニング（金属材料の表面に硬い粒子を打ち付けて表面近傍だけを塑性変形させる方法に用いられている技術である。）などの手段を好ましいものとして挙げ

ることができる。ショットピーニングによる微細亀裂の付与は、本発明の工業化には有力な方法である。

【0009】B. 微小亀裂を付与後の加熱による単純焼鈍（ヒーリングまたはアニーリング）は、0.5T<sub>m</sub>（但し、T<sub>m</sub>は融点の絶対温度）以上T<sub>m</sub>未満で行うことができる。本発明のヒーリングによる亜粒界（転位）の形成方法の特徴は、従来0.5T<sub>m</sub>以上の塑性変形を起こす状態で格子欠陥を導入する手段を適用しなければ、脆性材料の強靱化を達成できないと思われていたものが、微小亀裂の打ち込んだ後に、単純焼鈍するだけで脆性材料の強靱化を達成できることを発見したことにある。

【0010】C. 前記表面強靱化方法の適用できる結晶製品には、従来の脆性結晶材料の範囲に含まれる多くのものが含まれるが、イットリウム・アルミニウム・ガーネット（YAG）、シリコンなどの結晶を挙げることができる。

【0011】

【実施例】実施例1

20 イットリウム・アルミニウム・ガーネット（YAGと略称、融点2215K）の表面を鏡面仕上げし、（001）の方位を有する表面に、室温でピッカース硬度計（先端広角が136°）を用いて荷重100gで微小圧痕（亀裂）を密度500個/mm<sup>2</sup>で打ち込んだ。図1（a）に、圧痕が表面に格子状に打ち込まれた状態を示す光学顕微鏡写真を示す。圧痕のコーナーから亀裂が発生している。図2（a）は図1（a）からもとめた亀裂の長さのヒストグラムである。微細亀裂を導入した前記単結晶を1500℃で焼鈍した。再び上記圧痕打ち込み条件により圧痕を打ち込んだ。図1（b）は形成された圧痕の光学顕微鏡写真であり、図2（b）は図1（b）からもとめた亀裂の長さのヒストグラムである。図1（c）、図2（c）は図1（b）に示す試料を更に焼鈍した後、圧痕を打ち込んだ顕微鏡写真と図2の（c）からもとめた亀裂の長さのヒストグラムである。図1（b）、（c）では、圧痕のコーナーから発生している亀裂の長さが、図1（a）に比べて短いことが分かる。

【0012】K<sub>1c</sub>〔破壊靱性（靱性強度）〕=0.016(E/H)<sup>1/2</sup>(P/c<sup>3/2</sup>)

40 （但し、Eはヤング率、Hはピッカース強度、Pは荷重、cは亀裂長さの半分である）に、E=286.78Pa、H=1410、P=0.98N、c=前記図1、2から求められる亀裂の長さを代入することによって靱性強度が求められる。図2のヒストグラムから、本発明の処理前の単結晶の亀裂の長さが約16μmであったものが、圧痕印可後ヒーリング（単純焼鈍）処理をしたものは亀裂の長さが約10μm以下に減少していることが分かる。換言すれば、靱性強度が顕著に改善されたことが理解できる。計算によると、靱性値が約2倍向上したものと考えられる。

【0013】図3は、図1で示した圧痕印可後ヒーリング処理を繰り返した場合の $K_{IC}$ （靱性強度）の変化を示したものである。 $K_{IC}$ （靱性強度）の上昇は1回のヒーリングではほぼ飽和することが分かる。

【0014】ヒーリング前後の圧痕の組織を透過電子顕微鏡（集束イオンビーム装置はHitachi FB-2000、透過電子顕微鏡はJEOL 200CXで加速電圧200kVで観察した。）で観察したところ、ヒーリング前には、圧痕直下は非常に激しく変形しており、また多数の亀裂が圧痕直下からかなりの距離まで伝播しているが、焼鈍後には、亀裂がヒーリングによってほぼ消滅し、且つ $1\mu m$ 程度の亜粒界が形成されていることが観察された。この亜粒界は、前記亜粒界の発生位置から、圧痕直下の激しく変形した領域の回復によって形成されるのみならず、亀裂がヒーリングで消滅した際に、再び接合した結晶の方位が僅かに異なるために発生した転位網からも構成されていることが観察された。また、意図的に短時間の焼鈍でヒーリングを部分的に起こさせた亀裂の透過電子顕微鏡観察から、亀裂がヒーリングを起こした領域で転位網が

発生していることが観察された。

【0015】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、従来 $0.5T_M$ （ $T_M$ は融点の絶対温度）以上の高温で塑性変形を起こさせない限り、格子欠陥を導入ができないと考えられていた脆性結晶材料中に、室温での微小亀裂導入後においては、高温での単純焼鈍によって亜粒界（転位）を形成させることができ、これによって脆性結晶材料の表面靱性強度特性が改善されるという、優れた効果がもたらされるのである。

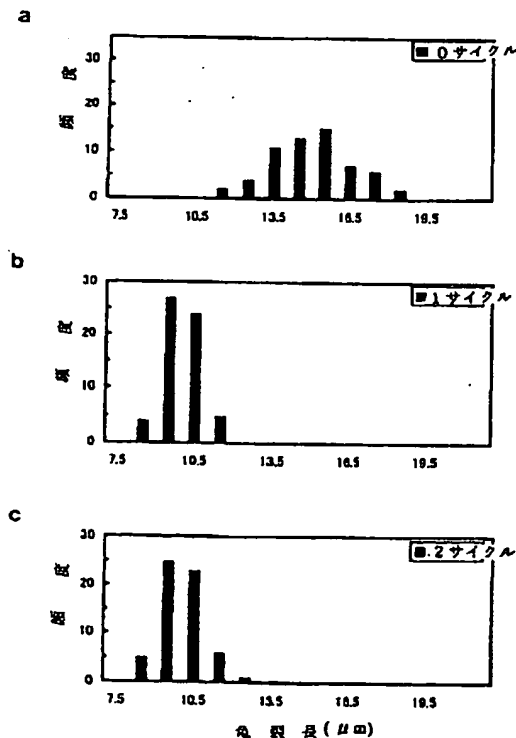
【図面の簡単な説明】

【図1】 図1（a）、（b）および（c）は、圧痕が表面に格子状に打ち込まれた状態を示す光学顕微鏡写真

【図2】 図2（a）、（b）および（c）は、図1（a）、（b）および（c）からもとめた亀裂の長さのヒストグラム

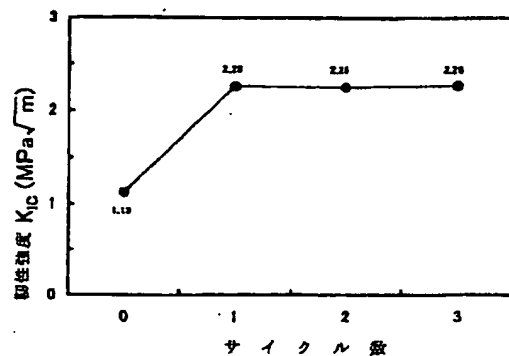
【図3】 図1で示した圧痕印可後ヒーリング処理を繰り返した場合の $K_{IC}$ （靱性強度）の変化を示す

【図2】



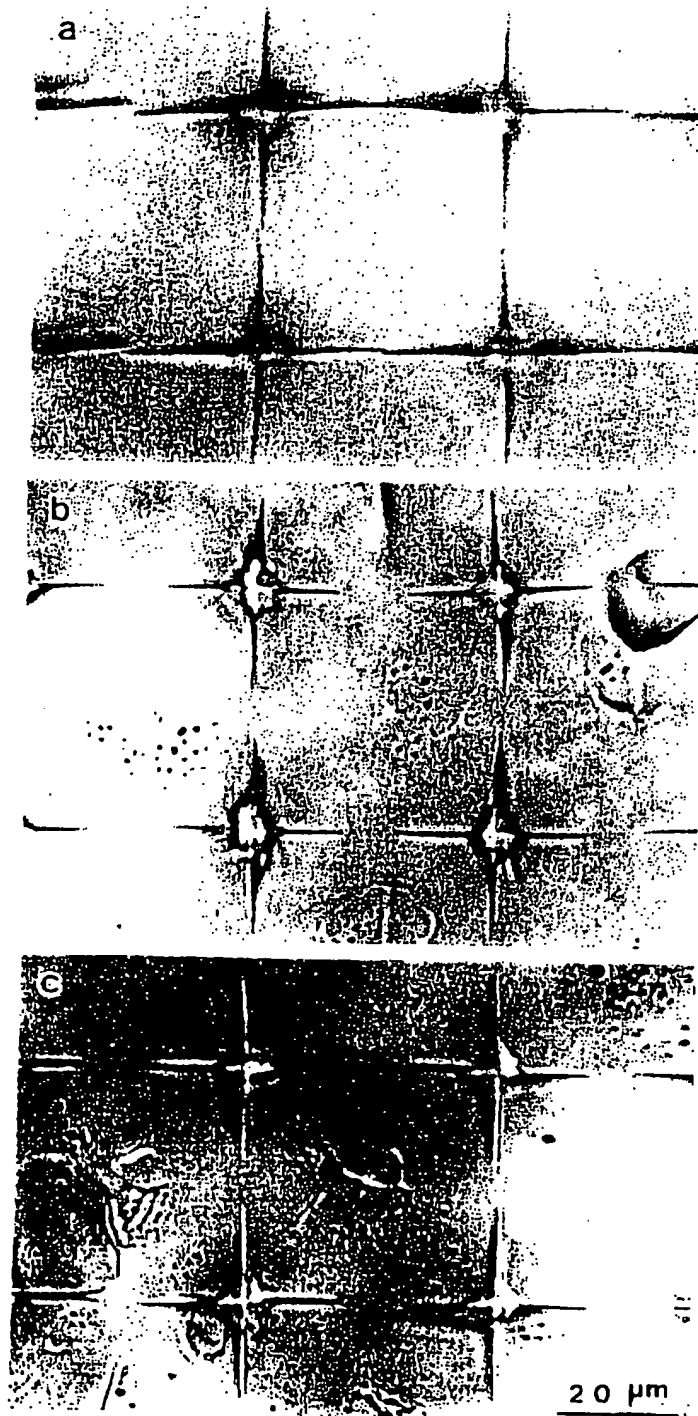
熱-機械的処理のサイクルの変化に伴う亀裂の長さの変化を示すヒストグラム

【図3】



熱-機械的処理のサイクルの変化に伴う平均靱性強度 ( $K_{IC}$ ) の変化

【図1】



\* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] The surface toughening approach of the brittle crystal ingredient which carries out simple annealing so that a rearrangement subgrain boundary may be introduced at the same time said indentation disappears substantially in the ambient atmosphere of under TM more than 0.5TM (however, TM absolute temperature of the melting point) after driving 500-10,000 detailed indentations /with a flute width of 0.001-1 micrometer into a brittle crystal ingredient front face by the consistency of 2 mm using an indenter etc. in a room temperature.

[Claim 2] The surface toughening approach of the brittle crystal ingredient according to claim 1 characterized by being the Vickers hardness meter with which the indenter which drives 500-10,000 detailed indentations /with a flute width of 0.001-1 micrometer into a brittle crystal ingredient front face by the consistency of 2 mm in a room temperature added Loads 100-500g.

[Claim 3] The surface toughening approach of the brittle crystal ingredient according to claim 1 or 2 characterized by a brittle crystal ingredient being an yttrium aluminum garnet single crystal.

---

[Translation done.]



## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the new surface toughening approach of a brittle crystal ingredient.

[0002]

[Description of the Prior Art] Work hardening to which lattice defects, such as a rearrangement, are stored up in a crystal ingredient into a crystal with deformation is the most general toughening method of a crystal ingredient. However, with the brittle material, although said toughening method can be widely used by plastic deformation with a ductile material like the metallic material which can introduce lattice defects, such as a rearrangement, into a crystal ingredient in large quantities, since plastic deformation is improper, it has been thought theoretically that toughening by work hardening is impossible.

[0003] By the way, various examination is made about the mechanical physical properties of a brittle material. Especially, about a brittle fracture, if a crystal is in an ideal condition, a brittle fracture will happen by destroying an interatomic bond. Therefore, reinforcement must be equal to destructive power. Orowan proposed the following formulas and is teaching this ideal reinforcement (correctly ideal cleavage reinforcement).

Two= $E \left[ \frac{\sigma_m}{E\gamma_0/a} \right]^{1/10}$  (formula A)

(E of Young's modulus and a is [ the interatomic distance of a cleavage plane and  $\gamma_0$  ] the surface energy of a cleavage plane.) Therefore, according to the formula (A), Young's modulus is large, surface energy is large, and it is shown that the high crystal of an atomic pair consistency may show big reinforcement potentially. The disruptive strength of an actual ingredient is farther [ than the reinforcement expected from said formula ] low. In many cases, this cause is based on the crack which exists during a crystal during product manufacture, and the crack introduced by carrying out the seal of approval of the stress.

[0004] Griffith formulized first the brittle fracture of the ingredient with which such a crack exists, and the degree type is proposed using the conditions to which the energy released by destruction and the surface energy of the newly generated fracture surface always become equal.

$\sigma_f = (2E\gamma_0/\pi c)^{1/2}$  (formula B)

(c shows the die length of the crack which exists first) In said formula (A) and (B), a is 0.1nm order, and since c is mum order, it is expressed with  $\sigma_f^{**10-2} \sigma_m^{**10-3} E$ , and becomes a value near an observation. Therefore, the breaking stress in this case is expressed with Formula C.

$\sigma_f = (1/Y) (2 E \gamma_f / c)^{1/2} = KIC / Y \sqrt{c}$  (formula C)

It is the constant it is decided in the configuration of a crack and a sample that [Y will be, and the constant to which KIC is called fracture toughness, and is the critical value of a stress intensity factor in case a crack starts progress rapidly. The excessive energy by slowdown

(blunting) of the crack from which the plastic deformation which gamma<sub>f</sub> is effectual surface energy (called breaking energy), and can be set near the crack tip arises by the basis, fission of the fall crack of stress, etc. was added to surface energy. ] KIC can be used as a kind of ingredient constant, and KIC can be calculated by being able to presume the die length of a crack and measuring the die length of a crack conversely by getting to know KIC. Moreover, while enlarging KIC from the above-mentioned formula (C), it is understood that it becomes improvement in reinforcement to make crack length as small as possible. And as a toughening method based on this examination, it 5. curve (bowing) 6. Draws out (pull out), and 1. rearrangement (dislocation), 2. phase transition (phase transition), 3. micro crack (micro-crack), 4. crack deviation (crack deflection), the shielding effect (shielding effect) by 7. bridge formation (bridging) and 8. compressive residual stress, etc. are examined.

[0005] On the other hand, on the minute crack and concrete target generated on the front face in research of "direct observation of the rearrangement generation from the crack tip under hot silicon crystal" The indenter of the Vickers micro hardness tester was used for the ground wafer front face at the room temperature, and it was introduced into it by pushing (a load is 0.25 or 0.50N and the load of a load and the rate of removal were performed by 16.67Ns<sup>-1</sup>). A minute crack (sharp crack) is thin film removal (it is based on a chemical process and two processes of argon ion milling.) of the elastic-plastic deformation field of the circumference of the indentation section. Closing only a short distance and starting healing is known [it is called Y.-H.Chaiao and D.R.Clarke, Acta metall., 37 (1989), and the below 203: reference 1]. Said observation is performing generating of the rearrangement (dislocations) from the crack tip under silicon crystal on conditions with a temperature of 550-750 degrees C using the transmission electron microscope to the bottom of the compound condition of temperature and stress. However, there is no publication which mentions the relation between this phenomenon and toughening of a product.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The technical problem of this invention is offering the approach of storing up lattice defects, such as a subgrain boundary (rearrangement), in a brittle material into a crystal with deformation, and improving the tough property of the front face of a product. this invention person etc. said improvement approach from the introductory phenomenon of the rearrangement into the crystal of a publication in said reference 1 in examining wholeheartedly Even if it does not perform plastic deformation hot [ conventional ], lattice defects, such as a rearrangement, can be introduced with deformation into a brittle crystal ingredient product, and it is thought that it can raise tough nature. In various attempts After very small crack introducing at a room temperature, it is possible to form a subgrain boundary (rearrangement) by simple annealing in an elevated temperature, and it discovered that tough nature could be raised by this.

[0007]

[Means for Solving the Problem] After driving 500-10,000 detailed indentations /with a flute width of 0.001-1 micrometer into a brittle crystal ingredient front face by the consistency of 2 mm using an indenter etc. in a room temperature, this invention is the surface toughening approach of the brittle crystal ingredient which carries out simple annealing so that a rearrangement subgrain boundary may be introduced at the same time said indentation disappears substantially in the ambient atmosphere of under TM more than 0.5TM (however, TM absolute temperature of the melting point). It is the surface toughening approach of said brittle crystal ingredient characterized by being the Vickers hardness meter with which the indenter which drives 500-10,000 detailed indentations /with a flute width of 0.001-1 micrometer into a brittle crystal ingredient front face by the consistency of 2 mm in a room temperature added Loads 100-500g preferably. Furthermore, it is the surface toughening approach of said brittle crystal ingredient preferably characterized by a brittle crystal ingredient

being an yttrium aluminum garnet single crystal. this invention person solved said technical problem by combining very small crack installation at a room temperature, and simple annealing (annealing or healing) in the elevated temperature after said minute crack installation.

[0008]

[The mode of operation of this invention] This invention is explained more to a detail.

A. Say the detailed indentation with a flute width [ of 0.001-1 micrometer ], and a depth of 0.1-50 micrometers in which the minute crack formed in a brittle material front face is formed of indenters, such as a Vickers hardness meter, etc. The means which can form the shattered crack which demonstrates the operation effectiveness of surface toughening of a brittle crystal ingredient by simple annealing of this invention illustrated here in said flute width and depth whose indenter etc. is (mechanical process) is named generically. [ like a Vickers hardness meter or shot peening ] Setting the width-of-face minimum of a slot to 0.001 micrometers because the dislocation density introduced by healing was small for attaining the purpose of this invention, it is because healing takes long duration for having set the upper limit to 1 micrometer. Moreover, limitation of the depth is also depended on exfoliation prevention of a surface part. As for the consistency of a minute crack driven in, it is desirable from an experimental result to set 500-10,000 pieces /to 2 mm. Although what kind of thing may be used as long as it is the means which can form said minute crack as a placing means of a minute crack, means, such as a Vickers hardness meter and shot peening (it is the technique used for the approach of striking a hard particle on the surface of a metallic material, and carrying out plastic deformation of only near the front face.), can be mentioned as a desirable thing. Grant of the shattered crack by shot peening is a leading approach for industrialization of this invention.

[0009] B. Simple annealing (healing or annealing) by heating after giving a minute crack can be performed under by TM more than 0.5TM (however, TM absolute temperature of the melting point). If the description of the formation approach of the subgrain boundary (rearrangement) by healing of this invention does not apply a means to introduce a lattice defect in the condition of causing the plastic deformation of 0.5 or more TMs conventionally, it is for what was considered that it cannot attain toughening of a brittle material to have discovered that toughening of a brittle material could be attained only by carrying out simple annealing after a minute crack devotes itself.

[0010] C. Although many things contained in the range of the conventional brittle crystal ingredient are contained in the crystal product which can apply said surface toughening approach, the crystal of an yttrium aluminum garnet (YAG), silicon, etc. can be mentioned.

[0011]

[Example] Mirror plane finish of the front face of example 1 yttrium aluminum garnet (YAG, an abbreviated name, melting point 2215K) was carried out, the Vickers hardness meter (a tip wide angle is 136 degrees) was used for the front face which has bearing of (001) at the room temperature, and the minute indentation (crack) was driven into it 500 consistencies/mm by 100g of loads 2. The optical microscope photograph in which the condition that the indentation was driven into drawing 1 (a) in the shape of a grid on the front face is shown is shown. The crack has occurred from the corner of an indentation. Drawing 2 (a) is the histogram of the die length of the crack searched for from drawing 1 (a). Said single crystal which introduced the shattered crack was annealed at 1500 degrees C. The indentation was again driven in according to the above-mentioned indentation placing conditions. Drawing 1 (b) is the optical microscope photograph of the formed indentation, and drawing 2 (b) is the histogram of the die length of the crack searched for from drawing 1 (b). (c) of drawing 1 and (c) of drawing 2 are the histogram of the die length of the microphotography which drove in the indentation, and the crack searched for from (c) of drawing 2 , after annealing further the sample shown in drawing

1 (b). In drawing 1 (b) and (c), it turns out that the die length of the crack generated from the corner of an indentation is short compared with drawing 1 (a).

[0012] KIC [fracture toughness (toughness reinforcement)] =  $0.016(E/H)^{1/2} (P/c)^{3/2}$   
 $E = 286.78 \text{ Pa}$  (a load and whose  $c$  of the Vickers reinforcement and  $P$  however, Young's modulus and  $H$  are the one half of crack length for  $E$ ),  $H = 1410$ ,  $P = 0.98 \text{ Ns}$ ,  $c$  = toughness reinforcement is called for by substituting said drawing 1 and the die length of the crack searched for from 2. As for that to which that whose die length of a crack of the single crystal before processing of this invention was about 16 micrometers carried out after [ an indentation seal of approval ] healing (simple annealing) processing from the histogram of drawing 2, it turns out that the die length of a crack is decreasing to about 10 micrometers or less. If it puts in another way, you can understand that toughness reinforcement has been improved notably. According to count, it is thought that the toughness value improved twice [ about ].

[0013] Drawing 3 shows change of KIC (toughness reinforcement) at the time of repeating the after [ an indentation seal of approval ] healing processing shown by drawing 1. It turns out that the rise of KIC (toughness reinforcement) is mostly saturated with 1 time of healing.

[0014] The place which gazed at the organization of the indentation before and behind healing with the transmission electron microscope (focused ion beam equipment was observed by JEOL 200CX by Hitachi FB-2000, and the transmission electron microscope was observed with the acceleration voltage of 200kV.), Although it was deforming directly under the indentation very violently before healing and much cracks had spread from directly under [ indentation ] to a remarkable distance, after annealing, it was observed that a crack is mostly extinguished by healing and the about 1-micrometer subgrain boundary is formed. This subgrain boundary is not only formed from the generating location of said subgrain boundary of recovery of the field directly under an indentation which deformed violently, but when a crack was extinguished by healing, also consisting of dislocation networks generated since bearings of the crystal joined again differed slightly was observed. Moreover, it was observed that the dislocation network is generated in the field from which the crack started healing from transmission electron microscope observation of the crack which made healing start partially by short-time annealing intentionally.

[0015]

[Effect of the Invention] Unless plastic deformation is made to cause conventionally at the elevated temperature more than  $0.5T_M$  (for  $T_M$  to be the absolute temperature of the melting point) as stated above according to this invention In the brittle crystal ingredient considered that installation cannot do a lattice defect, it sets, after very small crack introducing at a room temperature. A subgrain boundary (rearrangement) can be made to form by simple annealing in an elevated temperature, and the outstanding effectiveness [ say / that the surface toughness strength property of a brittle crystal ingredient is improved by this ] is brought about.

---

[Translation done.]